母 公 開 特 許 公 報 (A) 昭61-215318

@Int_Cl_4

識別記号

庁内整理番号

母公開 昭和61年(1986)9月25日

A 61 K 7/42 7/00 7133-4C 7306-4C

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

の発明の名称 皮膚外用剤

②特 顋 昭60-56491

纽出 願 昭60(1985) 3月20日

砂発 明 者 高 田 定 樹 横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂内

①出 願 人 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号

明細杏の浄む(内容に変更なし)

明報書

1. 発明の名称

皮膚外用剤

2. 特許請求の範囲

4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンと有機数および/またはその塩を配合することを特徴とする皮膚外用剤。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、変色および紫外線吸収能低下防止効果に優れる皮膚外用剤、さらに詳しくは、 4 ー (1 . 1 ー ジメチルエチル) ー 4 ' ー メトキシジベンゾイルメタンと有機酸および/またはその塩を配合することを特徴とする皮膚外用剤に関す

4 - (1 . 1 - ジメチルエチル) - 4 ' - メトキシジベンゲイルメタンは、紫外線吸収剤として紫外線の防御を目的とするサンスクリーン剤、フ

ァンデーション等の皮膚外用剤成分として近年、 脚光をあびている。

[従来の技術]

しかし、4-(1.1-ジメチルエチル)-4 ' - メトキシジベンゾイルメタンを単独で皮膚 外用剤に配合した場合、着色や経時による変色を 起こし、外観を蓄しく損ない、皮膚外用剤として の品質を低下させる。 本発明らの観察による と、そればかりか、4-(1.1-ジメチルエチ ル)-4'-メトキシジベンプイルメタンの紫外 線吸収能の低下をも引き起こし、紫外線からの筋 御に対して効果を低減させるという知見が得られ ている。従来は、変色に対して、あらかじめ、皮 房外用剤に餌色を施し、4-(1,1-ジメチル エチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンに よる着色や変色を目立たなくする配慮はあったが 問題点を根本的に解決するものではなかった。ま た、紫外線吸収館の低下に対する解決法は、全く なかった。

[発明が解決しようとする問題点]

本発明者らは、かかる事情に鑑み鋭意研究の結果、4-(1・1-ジメチルエチル)-4・-メトキシジベンゾイルメタンとともに有機殴および ノまたはその堪を配合することにより上記の問題 点を同時に解決する皮膚外用剤が得られることを 見出して本発明を完成した。

[問題を解決するための手段]

すなわち、本発明は、4~(1・1~ジメチルエチル)~4・~メトキシジベンゾイルメタンと有機酸および/またはその塩を配合することにより得られる品質劣化の少ない皮膚外用剤に関するものである。

以下、本発明の構成について、詳述する。

本発明に用いられる4-(1.1-ジメチルエ チル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンは、

の構造を有する化合物であり、特関昭55-66

キシジベンゾイルメタンおよび、有機酸および/ またはその塩を配合できる皮膚外用剤基剤は、通常考えられる皮膚外用剤基剤、たとえば、可溶化 系、乳化系、粉束系、粉束分散系、水/油系2層 状化粧料、水/油/粉束系3層状化粧料などどの ような基剤でもよい。

[発明の効果]

本発明の皮膚外用剤は、つぎのような利点をもっている。

4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メト

535に示される方法で製造される。 また、ジボダン株式会社より「パルソール1789」の商品名で発売されている。

皮膚外用剤への配合量は、任意であるが、系への溶解を考慮しなければならない形状のものについては、20重量%以下が好ましい。

本発明に用いられる有機酸および/またはその 塩は、グルコン酸、アスコルピン酸、コハク酸、 クエン酸、乳酸、酒石酸、酪酸、シュウ酸、マロ ン酸、吉草酸、ギ酸、酢酸、プロピオン酸などが 有名でその1種または、2種以上を配合する。

配合量は、4 ー (1 ・1 ージメチルエチル)ー4 'ーメトキシジベンゾイルメタンに対して重量で1/5000~20倍量、好ましくは、1/1000~10倍量である。 1/5000倍量未満では、有機酸および/またはその塩の機度が希障なため問題を解決するに至らない。 また、20倍量を越えると効果において変化がなく不経済である。

4-(1.1-ジメチルエチル)-4'-メト

キシジベンゾイルメタンを製品に配合したとき着 色や経時による変色を防止し、かつ、紫外線吸収 能の低下がなく製品の品質を保つことが出来る。 【実施例】

つぎに、試験例および実施例によって、本発明をさらに詳細に説明する。 なお、本発明は、これによって限定されるものではない。 試験例 1

下記の処方のサンスクリーンクリームにおいて4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-メトキシジベンゾイルメタンを5重量%、有機酸および/またはその塩を0重量%、0.005重量%、0.01重量%、0.05重量%、0.1重量%、0.5重量%と変化させてクリームの着色、および経時での変色について観察した。

Α.

 セタノール
 0.5%

 ワセリン
 2.0

 スクワラン
 7.0

自己乳化型モノステアリンサングリセリン

2.5 ポリオキシェチレンソルビタンモノステアリン 粒エステル(20E、0.) 4 - (1, 1 - ジメチルエチル) - 4 ' - メト キシジベンゾイルメタン 5.0 ホホバ油 5.0 В. プロピレングリコール 5.0 5.0 グリセリン ビーガム (モンモリロナイト) 5.0 水酸化カリウム 0.3 有機酸および/またはその塩 $0 \sim 0.5$

一製法一

A(油相)とB(水相)をそれぞれ70°C に加熱し、完全溶解する。 AをBに加えて、乳 化機で乳化する。 乳化物を熱交換機を用いて冷 却してサンスクリーンクリームを得た。

残余

表 - 2 (クエン酸ナトリウムの場合)

クエン酸ナトリウ	着色	変色
ムの配合量	(乳化直後)	(1か月後)
0 %	×	×
0.005	Δ	Δ
0.01	0	0
0.05	0	0
0.1	0	0
0.5	0	0

(以下余白)

着色の評価は、乳化直後の状態、また、経時に おける変色の評価は、50°Cに1か月保存した ときの状態で行なった。

結果を表ー1~3に示す。

表-1 (アスコルビン酸の場合)

アスコルピン酸	着色	変色
の配合量	(乳化直後)	(1か月後)
0 %	×	×
0.005	0	۵
0.01	0	. 0
0.05	0	0
0.1	0	0
0.5	0	0

着色 (変色) する × やや着色 (変色) する Δ 着色 (変色) しない Ο

表-3 (グルコン酸の場合)

グルコン酸	着色	変色
の配合量	(乳化直後)	(1か月後)
0 %	×	×
0.005	0	0
0.01	0	0
0.05	0	0
0.1	0	0
0.5	Ο.	0

表 - 1 ~ 3 の結果より、本発明の皮膚外用剤は、製造直後の着色や、経時における変色のない 品質の安定したものであることがわかる。

(以下余白)

試験例2.

試験例1. で用いた試料を石英のガラス板に 5ミクロンの厚さで塗布し、分光光度計により紫 外線吸収スペクトルの測定を行なった。

表-4~6には、試料調整直後の吸収ピークに対して50°Cに1か月保存した試料の吸収ピークの減少率のデータを示す。

表-4(アスコルピン酸の場合)

P	ス	2	N	۲	ン	酸	吸収ピークの
	Ø	配	合	量	_		減少率(%)
	0	%		_			2 2
0		0	0	5			1 5
0		0	1				9
0		0	5				5
0	:	1					3
٥		5					1

表ー6(グルコン酸の場合)

グルコン酸	吸収ピークの
の配合量	減少率(%)
0 %	22
0.005	1 1
0.01	7
0.05	5
0.1	3
0.5	1

(以下余白)

表-5(クエン酸ナトリウムの場合)

クェ	ン	酸	ナ	۲	リ	ゥ	4	吸収ピークの
	Ø	配	숨	景		_		減少率(%)
	0	%						2 2
0		0	0	5				13
0	•	0	1					9
0		0	5					7
0		1						4
0		5						2

(以下余白)

実施例1 クリーム

				•															
Α.	ス:	テ	ア	IJ	ン	政										1	0		0%
	スラ	テ	ア	ŋ	ル	7	ル	ı	_	ル							4		0
	ス:	テ	ア	ij	ン	败	ブ	チ	ル								8	•,	0,
	ス :	7	ア	リ	ン	散	ŧ	J	7	ij	t	IJ	ン	ェ	ス	テ	r		
										•					•		2		0
	4	_	(1		1	_	ッ	×	チ	N	I	チ	ルル)	_	4		_
	וע	۲	*	シ	ジ	ベ	ン	ァ	1	N	×	タ	ン				2		0
	番目																0		
	防服		割														適	册	
_																			
в.	プロ	2	۲	V	ン	グ	リ	7	_	ル						1	0	•	0
	7 . !	IJ	t	IJ	ン												4		0
	マ /	v	チ	۲	_	N											1		0
	水面	a	化	カ	IJ	ゥ	4										0		4
	a Je	往	ታ	۲	IJ	ゥ	<u>ل</u>									0		o	5
	精皂	Ų.	水														残	余	

Aの油相部とBの水相部をそれぞれ70°Cに加熱し完全溶解する。 A相をB相に加えて、乳化機で乳化する。 乳化物を熱交換機を用いて冷却してクリームを得た。

		实施例3 乳液
突焼例2 クリーム	4.0%	A. スクワラン 5.0%
A . セタノール	7.0	
ワセリン		
イソプロピルミリステート	8.0	, , , ,
*****	15.0	ソルビタンセスキオレイン酸エステル
ステアリン啓モノグリセリンエス		0.8
	2.2	ポリオキシエチレンオレイルエーテル
P O E (2 O) ソルビタンモノス	テアレート	(20E.O.)
·	2.8	1.2
4-(1,1-ジメテルエテル)	- 4 ' -	4-(1、1-ジメチルエチル)-4'-
メトキシジベンソイルメタン	0.5	メトキシジベンゾイルメタン 1.5
各 料	0.3	答料 0.3
硷 化 防 止 剤	遊丘	防腐剤 適位
防腐和	齑 昼	B. 1. 3 プチレングリコール 5. 0
B . グリセリン	10.0	エタノール 3.0
ジアロピレングリコール	5. O	カルポキシビニルポルリマー 0.2
アスコルヒン図	0.01	水路化カリウム 0.1
和 鯷 水	双余	クエン酸ナトリウム 0.05
突旋例 1 に望じてクリームを称た。		和盟水
		究施例1に知じて乳胺を得た。
皮施例4 ファウンデーション		實施例 5 化粧水
攻旋例4 ファウンデーション A.セタノール	3.5%	A. エタノール 5.0%
	4.0	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0
A . セタノール	4.0 5.0	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベ
A.セタノール 脱臭ラノリン	4.0 5.0 2.0	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベ ンゾエート 0. 18
A . セタノール 脱兵ラノリン ホホバ油	4.0 5.0	A. エタノール 5.0% POEオレイルアルコールエーテル 2.0 2-エチルヘキシル-P-ジメチルアミノベ ンゾエート 0.18 4-(1,1-ジメチルエチル)-4'-
A . セタノール 脱 具 ラ ノ リ ン ホ ホ バ 油 ワ セ リ ン	4.0 5.0 2.0 6.0	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベンゾエート 0. 18 4ー (1,1ージメチルエチル)ー4'ーメトキシジベンゾイルメタン 0. 02
A . セタノール 脱臭ラノリン ホホパ油 ワセリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス	4.0 5.0 2.0 6.0 8テル 2.5	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベ ンゾエート 0. 18 4ー (1, 1ージメチルエチル) - 4' - メトキシジベンゾイルメタン 0. 02 谷科 0. 05
A . セタノール 脱臭ラノリン ホホパ油 ワセリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス	4.0 5.0 2.0 6.0 8テル 2.5	A. エタノール 5.0% POEオレイルアルコールエーテル 2.0 2-エチルヘキシル-P-ジメチルアミノベンソエート 0.18 4-(1,1-ジメチルエチル)-4'- メトキシジベンソイルメタン 0.02
A . セタノール 脱臭ラノリン ホホパ油 ワセリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス	4.0 5.0 2.0 6.0 2.5 1.5	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベ ンゾエート 0. 18 4ー (1, 1ージメチルエチル) - 4' - メトキシジベンゾイルメタン 0. 02 谷科 0. 05
A . セタノール 脱臭ラノリン ホホバ油 ワセリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス POE(60) Q化ヒマシ油	4.0 5.0 2.0 6.0 2.5 1.5	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベ ンゾエート 0. 18 4ー (1, 1ージメチルエチル) ー4'ー メトキシジベンゾイルメタン 0. 02 径料 0. 05 B. 1. 3プチレングリコール 10. 0
A . セタノール 脱臭ラノリン ホホバ油 ワセリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス POE(60) Q化ヒマシ油 POE(20) セデルエーテル	4. 0 5. 0 2. 0 6. 0 7 h 2. 5 1. 5 1. 0	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベンゾエート 0. 18 4ー (1.1ージメチルエチル)ー4'ーメトキシジベンゾイルメタン 0. 02 登料 0. 05 B. 1. 3ブチレングリコール 10. 0 グリセリン 5. 0
A・セタノール 脱臭ラノリン ホホパ油 ワセリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス POE (60) 役化ヒマシ油 POE (20) セチルエーテル 4-(1.1-ジメチルエテル)	4. 0 5. 0 2. 0 6. 0 7 h 2. 5 1. 5 1. 0	A . エタノール 5 . 0 % P O E オレイルアルコールエーテル 2 . 0 2 ー エチルヘキシルーP ー ジメチルアミノベンソエート 0 . 1 8 4 ー (1 , 1 ー ジメチルエチル) ー 4 'ーメトキシジベンソイルメタン 0 . 0 2 谷科 0 . 0 5 B . 1 . 3 ブチレングリコール 1 0 . 0 グリセリン 5 . 0 フスコルピン陸 0 . 4
A・セタノール 脱臭ラノリン ホホバ油 ワセリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス POE(60) 役化ヒマシ油 POE(20) セテルエーテル 4ー(1・1ージメテルエテル) メトキシジベンゾイルメタン	4. 0 5. 0 2. 0 6. 0 7 N 2. 5 1. 5 1. 0 -4'- 8. 0	A. エタノール 5. 0% POEオレイルアルコールエーテル 2. 0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベンゾエート 0. 18 4ー (1.1ージメチルエチル)ー4'ーメトキシジベンゾイルメタン 0. 02 谷料 0. 05 B. 1. 3ブチレングリコール 10. 0 グリセリン 5. 0 アスコルビン陸 0. 4 粒質水
A. セタノール 脱臭ラノリン ホホリン スクワラン ステアリン酸モノグリセリンエス POE(60) Q化ヒマシ油 POE(20) セダルエーテル 4ー(1.1ージメテルエテル) メトキシジベンゾイルメタン 防腐剤	4.0 5.0 2.0 6.0 5. 1.5 1.5 1.0 -4'- 8.0 遊母	A . エタノール 5 . 0 % P O E オレイルアルコールエーテル 2 . 0 2 ーエチルヘキシルーP ージメチルアミノベンゾエート 0 . 1 8 4 ー (1 , 1 ージメチルエチル) ー 4 'ーメトキシジベンゾイルメタン 0 . 0 2 谷科 0 . 0 5 B . 1 . 3 ブチレングリコール 1 0 . 0 グリセリン フスコルピン酸 0 . 4 敬愛水 A のアルコール相を B の 水相に添加し、可溶化
A・セタノール 脱臭ラノリン ホホリンフ スケアリン 酸モノグリセリン ステアリン 酸モノグリセリン ステアリン 酸・アングリセリンエス POE(60) セデルエーテル 4-(1・1ージメアル) メトキ 到 防御 路別 B・プロピレングリコール	4.0 5.0 2.0 6.0 5.1 2.5 1.5 1.0 -4'- 8.0 遊録 0.3	A. エタノール 5.0% POEオレイルアルコールエーテル 2.0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベンゾエート 0.18 4ー(1.1ージメチルエチル)ー4'ーメトキシジベンゾイルメタン 0.02 登料 0.05 B.1.3ブチレングリコール 10.0 グリセリン 5.0 アスコルピン陸 0.4 粒製水 20 なのアルコール相をBの水相に添加し、可溶化して化粧水をえた。
A. セタノール 脱臭ラノリン ホホリンフ ステアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクア のででは、カーンシャール ストキシジャール メトキ のおい ない	4.0 5.0 2.0 6.0 5ル 2.5 1.5 1.0 -4'- 8.0 遊母 0.3	A . エタノール 5 . 0 % P O E オレイルアルコールエーテル 2 . 0 2 ーエチルヘキシルーP ージメチルアミノベンゾエート 0 . 1 8 4 ー (1 , 1 ージメチルエチル) ー 4 'ーメトキシジベンゾイルメタン 0 . 0 2 谷科 0 . 0 5 B . 1 . 3 ブチレングリコール 1 0 . 0 グリセリン フスコルピン酸 0 . 4 敬愛水 A のアルコール相を B の 水相に添加し、可溶化
A. セタフル 脱臭 ボール リンカー リンカー リンカー リンカー ファック ファック で で で で で で で で で で で で で で で で で で で	4.0 5.0 2.0 6.0 5.1 2.5 1.5 1.0 -4'- 8.0 遊母 0.3 10.0 12.0	A. エタノール 5.0% POEオレイルアルコールエーテル 2.0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベンゾエート 0.18 4ー(1.1ージメチルエチル)ー4'ーメトキシジベンゾイルメタン 0.02 登料 0.05 B.1.3ブチレングリコール 10.0 グリセリン 5.0 アスコルピン陸 0.4 粒製水 20 なのアルコール相をBの水相に添加し、可溶化して化粧水をえた。
A. セタノール 脱臭ラノリン ホホリンフ ステアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクアリン なアクア のででは、カーンシャール ストキシジャール メトキ のおい ない	4. 0 5. 0 2. 0 6. 0 7 ル 2. 5 1. 5 1. 0 -4 8. 0 31 0. 0 1 2. 0 0. 2	A. エタノール 5.0% POEオレイルアルコールエーテル 2.0 2ーエチルヘキシルーPージメチルアミノベンゾエート 0.18 4ー(1.1ージメチルエチル)ー4'ーメトキシジベンゾイルメタン 0.02 登料 0.05 B.1.3ブチレングリコール 10.0 グリセリン 5.0 アスコルピン陸 0.4 粒製水 20 なのアルコール相をBの水相に添加し、可溶化して化粧水をえた。

手統補正暋(自発)

昭和60年4月16日

5. 補正の内容

明細書の浄書(オフセット印刷によるもの、 別紙のとおり(内容に変更なし))

特許庁長官 志 賀 学 殿



事件の表示
 昭和60年特許願第 56491号

2. 発明の名称 皮膚外用剤

3. 補正をする者 事件との関係 特許出願人

住 所 東京都中央区都部第1日5番5号

名 称 (195)株式 生

大表記 野 良

4. 補正の対象 明細書全文

